

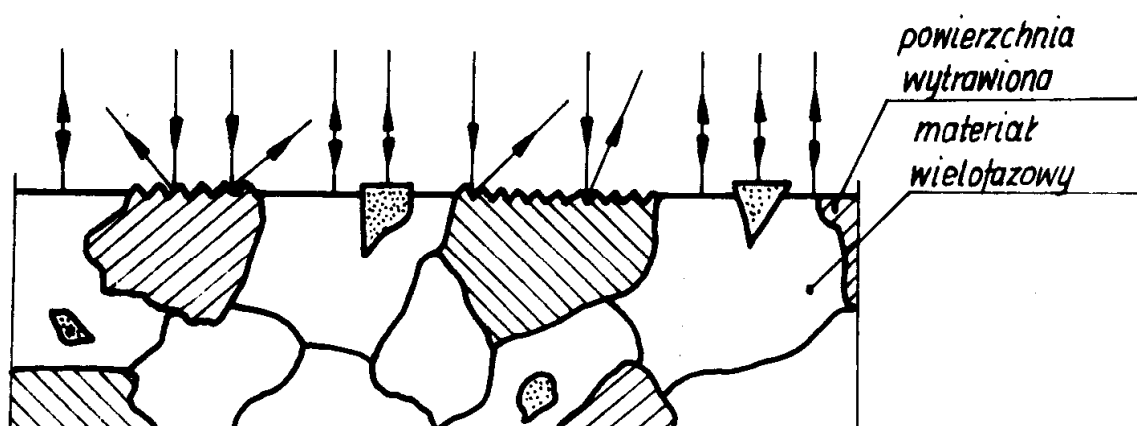
4. BADANIA METALOGRAFICZNE MIKROSKOPOWE

4.1. Wprowadzenie

W badaniach metalograficznych mikroskopowych, świetlny mikroskop jest nadal podstawowym narzędziem stosowanym w technice pomimo szybkiego rozwoju mikroskopii elektronowej. Poza stosowanymi wcześniej mikroskopami transmisyjnymi, ostatnio korzysta się często z mikroskopów elektronowych skaningowych (pracują na zasadzie odbicia wiązki elektronów od badanego obiektu).

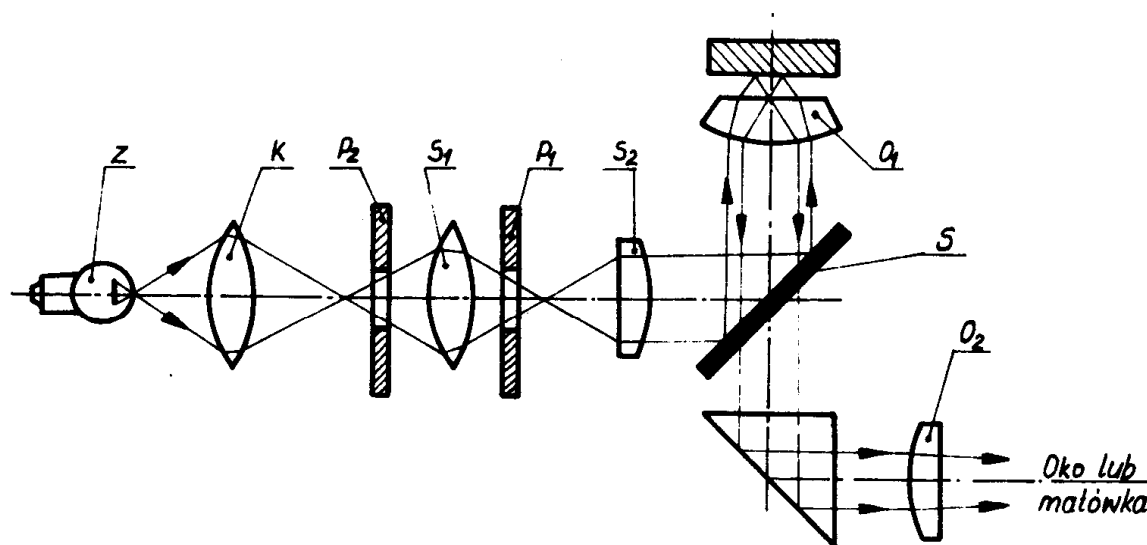
Badania mikroskopowe polegają na obserwacji powierzchni próbki odpowiednio przygotowanej (zgładu metalograficznego) przy powiększeniu od 50–2000 razy (mikroskop elektronowy powiększa 250000 x). Próbki – zgłady metalograficzne można obserwować po wypolerowaniu jak też po wypolerowaniu i wytrawieniu specjalnymi roztworami. Na zgładach nie trawionych można ocenić wszelkiego rodzaju wtrącenia niemetaliczne (ilość, rozmieszczenie, wielkość), obecność pęcherzy, rzadzisz, mikropęknięć itp., natomiast na zgładach trawionych ocenia się rodzaj, ilość, wielkość składników strukturalnych, wielkość ziarna, ich orientację, grubość powłok itp.

Przydatność metody mikroskopowej do badań metalograficznych uwarunkowana jest możliwością uzyskania określonego użytecznego powiększenia, które zależy od zdolności rozdzielczej mikroskopu i głębi ostrości. Powstawanie obrazu w mikroskopie metalograficznym i jego budowa została przedstawiona na rys. 4.1. i rys. 4.2.



Rys. 4.1. Powstawanie obrazu w mikroskopie świetlnym przez odbicie od powierzchni trawionej

4.2. Budowa mikroskopu metalograficznego



Rys. 4.2. Schemat budowy mikroskopu metalograficznego optycznego

Mikroskop metalograficzny różni się od biologicznego tym, że próbki bada się w świetle odbitym. Składowymi częściami mikroskopu są: źródło światła (Z), system kondensujący promienie (K), pomocnicze soczewki (S_1 i S_2), oświetlacz prostopadły lub ukośny (S), obiektyw (O_1), okular (O_2), przesłona P_1 ograniczająca pole widzenia i P_2 przesłona aperturowa.

Rzeczywiste powiększenie daje obiektyw, natomiast okular obraz powiększony przez obiektyw powtórnie powiększa bez ujawniania dodatkowych szczegółów. Powiększenie określa się jako stosunek wielkości liniowej obrazu przedmiotu do wielkości tego przedmiotu.

Powiększenie mikroskopu określone jest zależnością:

$$P = \frac{F}{f_{ob}} \cdot \frac{D}{f_{ok}} = P_{ob} \cdot P_{ok} \quad (4.1.)$$

gdzie:

P – powiększenie,

F – odległość pomiędzy obrazem obiektywu a ogniskiem przedmiotowym okularu,

D – odległość dogodnego widzenia = 250 mm,

f_{ob} – ogniskowa obiektywu,

f_{ok} – ogniskowa okularu,

P_{ob} – powiększenie obiektywu,

P_{ok} – powiększenie okularu

Powiększenie użyteczne mikroskopu określa się stosunkiem zdolności rozdzielczej oka, które równa się $200 \mu\text{m}$, do zdolności rozdzielczej mikroskopu, czyli

$$P_u = \frac{200}{d} \quad (4.2.)$$

P_u – powiększenie użyteczne,

d – zdolność rozdzielcza mikroskopu, przy czym $d = \frac{\lambda}{2A}$ dla ukośnego oświetlenia,

λ – długość fali światła widzialnego, przyjmuje się $\lambda = 0,55 \mu\text{m}$ (światła żółtego),

A – apertura numeryczna obiektywu, przyjmuje się za 1,0, stąd:

$$d = \frac{0,55}{2,0} = 0,275,$$

zatem

$$P_u = \frac{200}{0,275} = 750$$

Dla A różnej od 1,0 i uwzględniając zakres długości fali światła widzialnego, powiększenie użyteczne mikroskopu posiada praktyczną wartość:

$$P_u = (500 \div 1000) \cdot A \quad (4.3.)$$

Właściwy dobór pary obiektyw – okular dokonuje się tak, aby powiększenie użyteczne nie przekraczało 750-krotnej apertury obiektywu. Stąd wynika, że obiektyw mający powiększenie własne 50x i aperturę $A = 0,55$ nie powinien być używany do obserwacji, przy powiększeniach większych od 400x, w związku z czym powiększenie okularu nie powinno przekraczać 8x.

4.3. Zdolność rozdzielcza mikroskopu

Powiększenie mikroskopu uwarunkowane jest zdolnością rozdzielczą „d” obiektywu. Za zdolność rozdzielczą obiektywu uważa się najmniejszą odległość, którą można jeszcze rozróżnić pomiędzy dwoma równoległymi odcinkami na przedmiocie bez ich zlewania się w jedną linię w obserwacji mikroskopowej

$$d_1 = \frac{\lambda}{2A} \quad \text{dla ciemnego pola widzenia} \quad (4.4.)$$

$$\text{lub} \quad d_2 = \frac{\lambda}{A} \quad \text{dla jasnego pola widzenia} \quad (4.5.)$$

A – aperturę numeryczną obiektywu określa wzór:

$$A = n \sin \frac{\alpha}{2}, \text{ dla przypadku } d_2;$$

$$2A = n \sin \alpha, \text{ dla przypadku } d_1,$$

gdzie:

n – współczynnik załamania światła,

α – kąt rozwarcia soczewki.

Przy większej aperturze obiektywu otrzymuje się rozróżnienie drobniejszych szczegółów w strukturze. Im większa apertura tym mniejsza głębina ostrości ($1/A^2$). Racjonalny dobór A obiektywu dla uzyskania odpowiedniej głębiny ostrości wynika z relacji:

$$A = \frac{0,3}{a} \quad (4.6.)$$

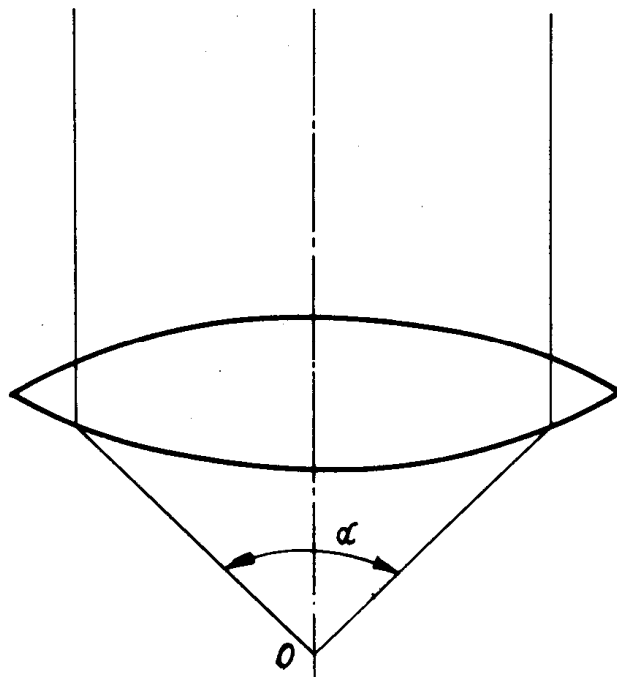
a – minimalna żądana wielkość szczegółów w μm .

Największa teoretycznie, numeryczna apertura A jest bliska $n \approx 1$ dla obiektywów tzw. „suchych” czyli takich, które pracują w „powietrzu”. Aperturę można zwiększyć przez zastosowanie

olejku cedrowego pomiędzy obiektywem a obserwowanym obiektem (dla olejku $n = 1,515$). Obiektywy te nazywane są imersyjnymi.

W soczewkach jak i ich zespołach występują błędy, które można zmniejszyć przez odpowiednią konstrukcję i dobór szkła w obiektywach.

W zależności od stopnia korekcji wyróżnia się achromaty – skorygowane pod względem aberracji chromatycznej w stosunku do widma żółto-zielonego, apochromaty – skorygowane do całego widma. Achromaty należy stosować przy fotografii łącznie z żółto-zielonymi filtrami i kliszami ortochromatycznymi. Apochromaty można stosować ze wszystkimi filtrami i materiałami fotograficznymi.



Rys. 4.3. Kąt apertury numerycznej obiektywu

Obiektywy planachromatyczne są w zasadzie achromatami z tym, że obraz pośredni (powiększany przez okular) dają płaski. Planachromatów używa się z okularami kompensacyjnymi.

Obiektywy fluorytowe są achromatami z tym, że niektóre soczewki wykonane są z fluorytu. Są to obiektywy jakościowo lepsze od poprzednio wymienionych i używa się ich do uzyskiwania większych powiększeń z okularami kompensacyjnymi. Monochromaty posiadają obiektywy z soczewkami kwarcowymi i służą do robienia zdjęć w świetle fioletowym. Nadają się one do pracy tylko z okularami kwarcowymi. Rodzaj obiektywu wygrawerowany jest na jego oprawie.

Okulary działają jak lupa powiększając obraz otrzymany przez obiektyw. Stosując okulary o różnym powiększeniu nie można uzyskać większego rozróżnienia szczegółów (dalszego zróżnicowania celem uwidocznienia mniejszych elementów) a jedynie obraz staje się większy i tym samym wyraźniejszy. Zdolność rozdzielcza „d” określa górną granicę racjonalnie zastosowanego powiększenia w mikroskopie optycznym, które wynosi 1500x (przy imersji). Dalsze powiększenie tylko rozciąga obraz jest to tzw. powiększenie „puste”. Jeżeli ma się do wyboru kilka par obiektyw–okular, to należy użyć taką parę, która ma silniej powiększający obiektyw, dla uzyskania tego samego powiększenia mikroskopu.

Stosowane są różne rodzaje okularów do obserwacji i zdjęć fotograficznych. Obrazy otrzymane w mikroskopie nie leżą w jednej płaszczyźnie lecz na kuli o dużej średnicy. Jeżeli więc chcemy otrzymać obraz ostry na matówce to okulary muszą być odpowiednio skorygowane. Do fotografii stosuje się okulary „projekcyjne” lub „Homale”, do obserwacji ortoskopowe do małych powiększeń i kompensacyjne korygujące aberacje lub „Huygensa” w zestawie z obiektywami „achromatami”. Okulary kompensacyjne w znacznym stopniu korygują błędy obiektywów. Stosuje się je do achromatów, apochromatów i planachromatów. Okulary „Homale” posiadają zdolność usuwania krzywizn pola, służą do mikrofotografii. Okulary ortoskopowe czyli periskopowe charakteryzują się dużym polem widzenia.

4.4. Metody badań

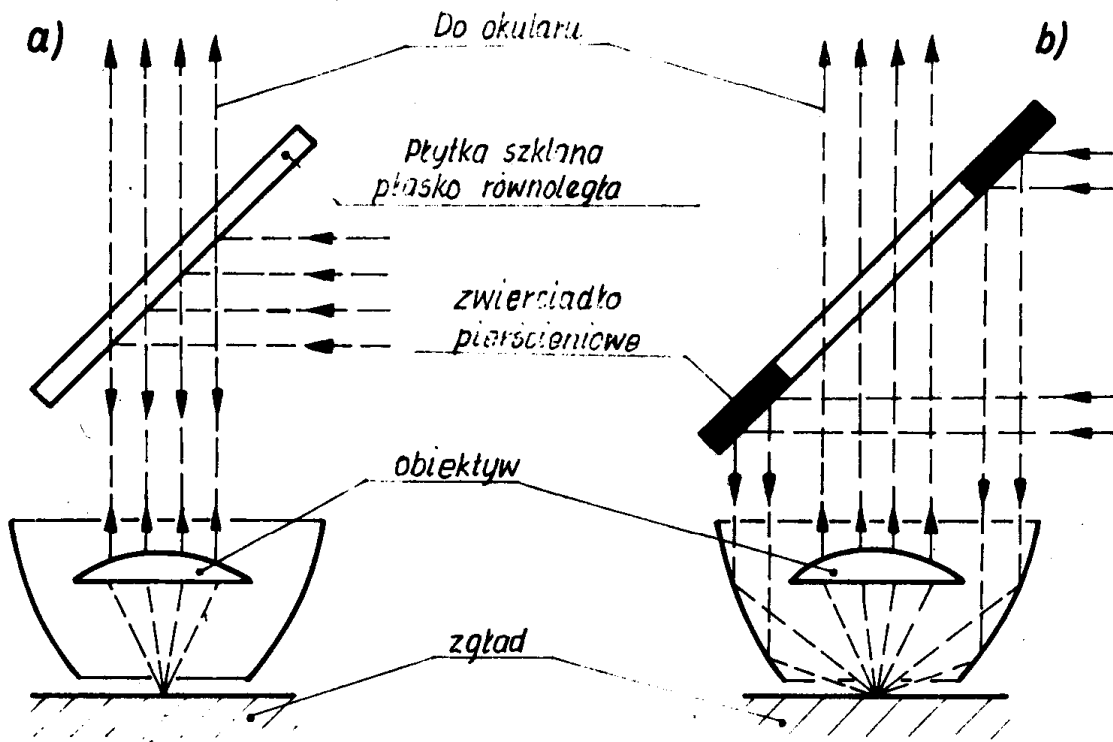
4.4.1. Badania w jasnym polu widzenia

Pod oświetleniem rozumie się sposób oświetlenia badanej próbki. Jeżeli światło pada prostopadle do obserwowanej powierzchni wówczas sposób ten nosi nazwę oświetlenia w polu jasnym (rys. 4.4.a). Do obserwacji wymagany jest kontrastowy obraz struktury. Obserwowane szczegóły muszą być ostre i wąskie. Do oświetlania używa się urządzeń optycznych zwanych oświetlaczami z układem soczewek i przesłon. Wysyłane światło ze źródła zostaje zebrane przez kolektor w płaszczyźnie przesłony aperturowej i skierowane w postaci snopa promieni do mikroskopu. Zmiana wielkości otworu tej przesłony

wywołuje zwiększenie lub zmniejszenie jasności obserwowanego obrazu. Druga przestona pola widzenia nie zmniejsza jasności lecz usuwa szkodliwe refleksy zmniejszając kontrastowość.

4.4.2. Badania w ciemnym polu widzenia

Przy obserwacji w polu ciemnym próbka jest oświetlona skośnie (rys. 4.4.b).



Rys. 4.4. Oświetlacze do mikroskopów metalograficznych. a/ oświetlacz do obserwacji w jasnym polu widzenia, b/ oświetlacz do obserwacji w ciemnym polu widzenia (liniami przerywanymi oznaczono bieg promieni świetlnych)

Oświetlenie skośnie pozwala zwiększyć zdolność rozdzielczą lecz wyraźnie pociemnia obraz co wymaga dłuższego naświetlania przy robieniu zdjęć.

Badania umożliwiają ujawnianie bardzo drobnych szczegółów ponieważ wyraźniej zaznaczają się one na czarnym tle obrazu. Dobrze uwidaczniają się rysy, zadrapania, wgłębienia (wady powierzchni), a najbardziej użyteczna jest ta metoda przy identyfikacji wtrąceń niemetalicznych.

4.4.3. Metoda światła spolaryzowanego

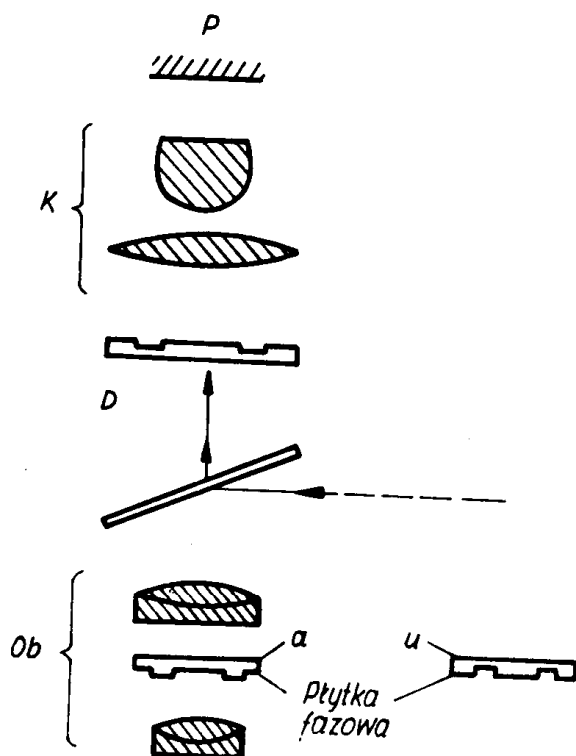
Obserwacji zgatadu w świetle liniowo spolaryzowanym można dokonać włączając

w bieg promieni (między źródło światła a okular) polaryzator i analizator. Obserwacja w świetle spolaryzowanym stosowana jest w przypadku konieczności podwyższenia kontrastu ziarn, ustalenia ich względnej orientacji, oceny jakościowej-składu fazowego i identyfikacji niektórych faz. Powierzchnia zgładów nie powinna wykazywać reliefu – nierówności powierzchni. Relief powierzchni jako skutek trawienia, a także rysy utrudniają prowadzenie badań, dlatego obserwację prowadzi się na zgładach polerowanych mechanicznie (polerowanie elektrolityczne jest nieprzydatne). Światło spolaryzowane umożliwia obserwację struktury dzięki powstawaniu kontrastu ziarn wynikającego z anizotropowości optycznych tych ziarn.

Metoda jest mniej przydatna przy obserwacji znacznych powiększeń, gdyż obiektywy o dużej aperturze wprowadzają dodatkową zmianę fazy w odbitej wiązce światła spolaryzowanego.

4.4.4. Metoda kontrastu fazowego

Metoda ta polega na wykorzystaniu nieznacznych różnic w fazie światła odbitego od powierzchni zgładu. Po odbiciu promieniowania od poszczególnych składników strukturalnych zgładu wykazujących małe różnice wysokości, podlega ono różnym



Rys. 4.5. Schemat optycznych części mikroskopskopu przy użyciu kontrastu fazowego

ugięciom co wyraźnie wpływa na przesunięcia w fazie rozproszonych promieni. Przez włączenie w bieg promieni światlnych tzw. płytki fazowej otrzymuje się kontrast. Czułość tej metody jest bardzo duża, można wykrywać szczegóły struktury o różnicach w wysokości na zgładzie powyżej 5,0 nm. Brak kontrastu barwy lub zmian w refleksie nie wyklucza możliwości obserwacji szczegółów struktury. Stosowanie kontrastu fazowego wymaga następujących dodatkowych urządzeń mikroskopskopu:

- a/ przesłony pierścieniowej włączonej w miejsce przesłony pola widzenia (D),
- b/ dodatkowe soczewki do wytworzenia obrazu w miejscu płytki fazowej (K),
- c/ płytki fazowa włączona w układ

soczewek obiektywu; różnica w grubości pierścienia na płytce jest tak dobrana, że światło o określonej długości fali doznaje w nim opóźnienia o $1/4 \lambda$ (rys. 4.5.).

Promienie przechodzące przez płytkę w zależności od tego, w którym miejscu przez nią przechodzą doznają opóźnień w fazie o $1/4$ długości fali. Współdziałanie dodatkowe elementów w mikroskopie stwarza kontrasty w obrazie mikroskopowym.

Metoda kontrastu interferencyjnego umożliwia obserwacje topografii powierzchni w tych przypadkach, gdy różnice wysokości szczegółów są rzędu $\frac{1}{20} \lambda$, co odpowiada 2,5 nm. Zasada kontrastu interferencyjnego polega na nakładaniu się promieni świetlnych odbitych od szczegółu oraz dodatkowej powierzchni pomocniczej (w kontraście fazowym interferują promienie ugięte i odbite od tego samego szczegółu).

Odmianą kontrastu interferencyjnego jest tzw. kontrast Nomarskiego. Przesunięcie obrazu względem siebie uzyskuje się przez wprowadzenie do układu optycznego mikroskopu, pryzmatu Wollastona. Przy doborze przesunięcia obrazu i dodatkowym włączeniu polaroidów następuje wzmacnianie jednych i wygaszanie innych promieni, co daje obraz plastyczny i barwny. Badania prowadzi się zarówno na zgładach polerowanych jak i trawionych.

4.4.5. Badania w temperaturach podwyższonych (metalografia wysokotemperaturowa)

Zastosowanie urządzenia do badań metalograficznych w podwyższonych temperaturach umożliwia obserwację struktur istniejących w podwyższonych temperaturach jak również śledzenie zmian zachodzących w tych warunkach, np. alotropowych i fazowych, w procesach rekrytalizacji, spiekaniu itd. Badanie kinetyki przemian ułatwia rejestracja zmian struktury na taśmie filmowej.

W metodzie tej struktura ujawnia się dzięki tzw. trawieniu cieplnemu. Próbkę z przygotowanym zgładem umieszcza się w przestrzeni grzejnej z próżnią od 10^{-3} – 10^{-5} mmHg (0,13 – 0,001 Pa). Przy wysokiej temperaturze w próżni następuje odparowanie metalu z granic ziarn lub miejsc bardziej odkształconych. Również dzięki zmianom objętości zachodzącym w przemianach alotropowych powstaje relief na zgładzie.

Trawienie zgładu można przeprowadzić metodą bombardowania powierzchni badanej jonami rozrzedzonego gazu, którym prędkość i kierunek nadaje przyłożone pole elektryczne o określonym potencjale, w odpowiednio ustalonej próżni np. 10^{-2} mmHg (1,33 Pa). Jest to tzw. trawienie jonowe. Metoda badań mikroskopowych stopów w podwyższonych temperaturach posiada poważne znaczenie w badaniach naukowych.

4.5. Przebieg badań mikroskopowych

Badania mikroskopowe wymagają dokładnego przygotowania powierzchni zgładów w celu prawidłowego uzyskania informacji o budowie wewnętrznej materiałów i jej zmianach wywołanych obróbką cieplną, cieplno-chemiczną, plastyczną itp.

Powierzchnia próbek przygotowywana jest przeważnie poprzez następujące zabiegi: wycinanie, szlifowanie, polerowanie oraz trawienie. Zgłady ukośne są coraz częściej stosowane w przypadkach badania cienkich warstw dyfuzyjnych, powłok galwanicznych itd. Jeżeli bada się warstwy przypowierzchniowe, celem uzyskania należytej ostrości obrazu przy dużych powiększeniach (uniknięcia zaokrąglenia krawędzi) stosuje się różne zabezpieczenia krawędzi próbek przed przystąpieniem do szlifowania. Często mocuje się je w odpowiednich uchwytach, inkluduje (zatapia) w niskotopliwych metalach (np. stop Wooda) lub tworzywach sztucznych a najlepiej metodą nakładania na powierzchnię próbki powłoki galwanicznej. Wstępnie badaną powierzchnię wygładza się pilnikiem, papierem ściernym o dużej ziarnistości lub na szlifiarkach.

Szlifowanie przeprowadza się kilkustopniowo począwszy od papieru nr 100 poprzez 200, 300, 400, 600 aż do numeru 800–1000. Przy przechodzeniu na papiery o drobniejszych ziarnach należy za każdym razem spłukać próbkę celem dokładnego usunięcia materiału ściernego (większych ziarn). Przez cały czas trwania zabiegu, gdy uzyska się całkowitą równoległość rys wzdłuż szlifowania próbkę obraca się pod kątem 90° i na przemian powtarza proces.

W tabeli podano twardości kilku materiałów ściernych i polerujących.

	Twardość wg Mohsa
MgO	6
Fe ₂ O ₃ (czerwień polska)	6
Proszek (65% Al ₂ O ₃ + 35% Fe ₃ O ₄)	8
Al ₂ O ₃ (korund)	9–9,3
SiC (karborund)	9,5
B ₄ C (węglik boru)	9,75
diament	10

Polerowania dokonuje się na poziomo ustawionych tarczach obrotowych wyłożonych filcem, pokrytych zawiesiną wodną Al₂O₃. Polerowanie powinno trwać aż do zaniku rys spowodowanych szlifowaniem. Długie polerowanie jest niekorzystne z wielu powodów jak: powiększania zagłębień, zaciągania materiału i zniekształcania struktury. Należy podkreślić duży wpływ polerowania zgładu na wyrazistość i wierne odwzorowanie struktury.

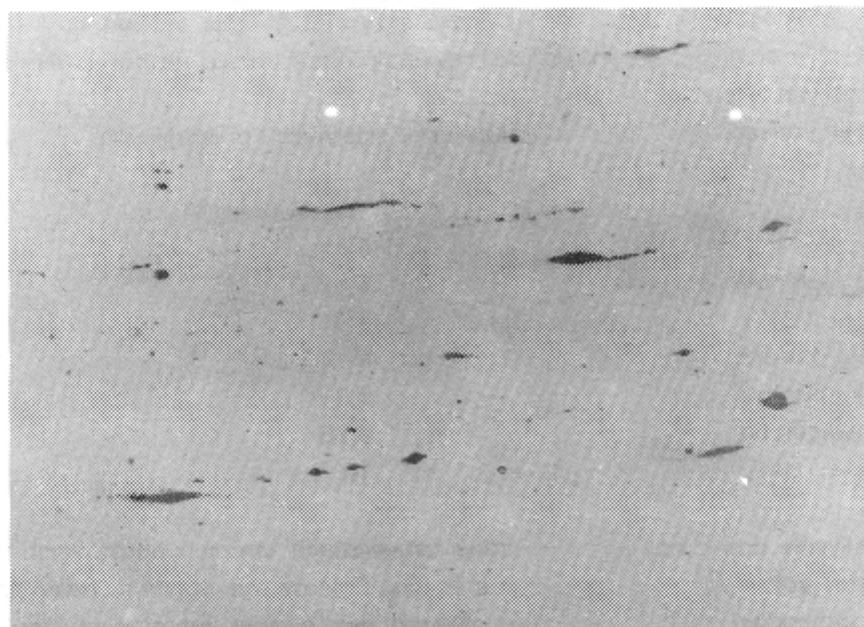
Polerowanie mechaniczne powoduje zmiany struktury w warstwie powierzchniowej. Grubość warstwy o zniekształconej strukturze zależy od twardości polerowanego materiału. Przez stosowanie wielokrotnego kolejnego polerowania i trawienia można uzyskać nie zniekształconą strukturę. Polerowanie może powodować wykruszenie z powierzchni zgładu materiału miękkiego wtrąceń niemetalicznych, dlatego też stosuje się często hartowanie i bardzo krótkie polerowanie.

Polerowanie elektrolityczne pozwala uniknąć wyżej wymienionych wad, jednak nie zawsze jest przydatne dla stopów wielofazowych na skutek powstawania na powierzchni

mikroogniw, które utrudniają wyrównanie powierzchni (różnice potencjału elektrochemicznego poszczególnych ziarn).

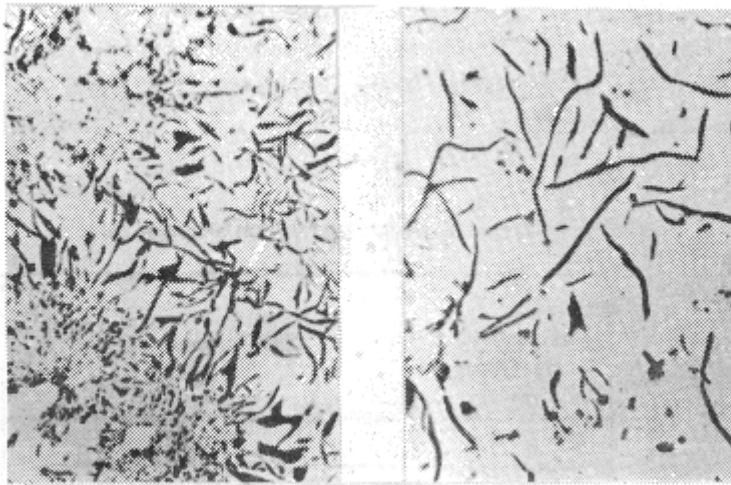
Niedogodności polerowania elektrolitycznego polegają na trudnościach doboru odpowiedniego dla określonego materiału składu roztworu – elektrolitu, parametrów prądowych oraz czasu polerowania. Próbkę zanurza się w elektrolicie z połączeniem bieguna (+) z anodą. Po polerowaniu próbkę sputkuje się ciepłą lub zimną wodą, następnie alkoholem i w końcu suszy strumieniem ciepłego powietrza. Kontrolę jakości polerowania prowadzi się często przy pomocy mikroskopu.

Mikro-elektropolerki służą do wypolerowania powierzchni zglądu i równoczesnego jego wytrawiania z możliwością kontroli w trakcie polerowania. Bezpośrednio po polerowaniu na powierzchni zglądu można obserwować wtrącenia niemetaliczne (rys. 4.6.), a w żeliwach grafit (rys. 4.7.).



Rys. 4.6. Obserwowane pod mikroskopem wtrącenia niemetaliczne na powierzchni nietrawionej (pow. 100x)

Mikrostrukturę wypolerowanej próbki metalu ujawnia się przez trawienie. W zależności od celu badania dobiera się odpowiedni sposób trawienia. Spośród kilku metod trawienia najczęściej stosuje się metodę opartą na selektywnym rozpuszczaniu miejsc o niższym potencjale elektrochemicznym. Miejsca o potencjale elektrochemicznym niższym w stosunku do pozostałej powierzchni zglądu, o charakterze elektroanodowym w utworzonym mikroogniwie, stają się anodami, dlatego ulegają trawieniu. Miejscami takimi są granice ziarn, faz, wtrącenia o charakterze elektroanodowym, punkty wyjścia na powierzchnię linii dyslokacji.



Rys. 4.7. Grafit w żeliiwie szarym zwykłym widoczny na powierzchni polerowanej nietrawionej

W innych metodach trawienia wykorzystuje się reakcje wymiany między składnikami odczynnika, a niektórymi składnikami trawionego metalu.

Produkty reakcji osadzają się w postaci warstw o różnej grubości i orientacji na powierzchni ziarn co powoduje różną interferencję światła, tym samym możliwa jest obserwacja struktury. W trawieniu wysokotem-

peraturowym (ciepłym) w próżni omówionym w rozdziale „Badania w temperaturach podwyższonych” następuje najintensywniejsza sublimacja atomów z obszarów i miejsc o podwyższonej energii swobodnej (zdefektowanych). Na powierzchni zglądu powstaje relief wskutek zróżnicowanej szybkości sublimacji atomów.

Zjawisko selektywnej sublimacji atomów z różnych miejsc powierzchni trawionej wykorzystywane jest również w trawieniu jonowo-katodowym. Polega ona na bombardowaniu powierzchni zglądu naładowanymi dodatnio jonami ciężkich gazów szlachetnych. Jony uderzając o powierzchnię najłatwiej wybijają atomy o podwyższonej energii swobodnej, co umożliwia uzyskanie obrazu struktury.

Efekty uzyskiwane w wyniku trawienia uzasadniają jego podział na wytrawianie granic ziarn i uzyskiwanie figur trawienia. Nadwyżka energii swobodnej na granicach ziarn, w obecności domieszek obcych atomów, powoduje, że atomy tam znajdujące się są słabiej związane z podłożem niż pozostałe atomy powierzchniowe. Różne zabarwienie ziarn tej samej fazy wynika z odmiennej orientacji krystalograficznej ziarn względem płaszczyzny zglądu. Płaszczyzny o gęstym upakowaniu atomów są słabiej trawione gdyż atomy są silniej ze sobą związane niż na płaszczyznach o rzadszym upakowaniu. Powiększona energia swobodna atomów w obszarze osi dyslokacji wychodzącej na powierzchnię cechuje zwiększoną rozpuszczalność, podobnie jak w przypadku granic ziarn. Kształt powstających jamek trawienia w obecności wychodzących osi dyslokacji zależy od kierunku przecięcia ziarna płaszczyzną zglądu.

Do trawienia chemicznego stali używa się najczęściej 1–5% roztwór kwasu azotowego w alkoholu – Nital. Dla każdego metalu i stopu istnieje wiele roztworów podanych w tablicy 4.1. Powierzchnię zglądu trawi się – co jest w powszechnym użyciu – tępym z waty nasyconym roztworem trawiącym lub rzadziej przez zanurzenie i poruszanie

dla usunięcia powstających pęcherzyków gazu. Lekkie zmatowienie wypolerowanej powierzchni często wystarcza do ujawniania charakterystycznych cech struktury. Natychmiast po trawieniu zgład płucze się dokładnie w bieżącej wodzie i alkoholu, a w końcu suszy w strumieniu ciepłego powietrza.

Tablica 4.1.

Odczynniki stosowane najczęściej w mikroskopowych badaniach stopów żelaza

Odczynnik	Skład chemiczny	Warunki trawienia (temperatura czas)	Zastosowanie
1	2	3	4
Nital	2–5 cm ³ kwasu azotowego 100 cm ³ alkoholu etylowego	20°C kilka do kilkunastu sek.	Odczynnik uniwersalny do stali i żeliw węglowych i niskostopowych. Ujawnia granice ziarn, trawi także ziarna ferrytu, których zabarwienie zależne jest od orientacji
Pikral	2–5 g kwasu pikrynowego 100 cm ³ C ₂ H ₅ OH	20°C do kilku minut	Jak wyżej; w metalografii optycznej stosowany do stali wyżarzonych; w metalografii elektronowej także do hartowanych i ulepszonych
Bechet-Beaujarda	5 g kwasu pikrynowego 100 cm ³ wody 0,5 g alkilosulfonianu sodu	dobrac eksperymentalnie	Ujawnianie granic ziarn austenitu w stalach zahartowanych i ulepszonych
Roztwór wodny nadsiarczamu amonu	10 g nadsiarczamu amonu	20°C do kilkunastu sek.	Do stali niskowęglowych, transformatorowych, a także austenitycznych. Zabarwia powierzchnię ziarn ferrytu i austenitu, ujawnia figury trawienia w ferrycie
Zasadowy pikrynian sodowy	25 g wodorotlenku sodu 2 g kwasu pikrynowego 75 cm ³ wody	ok. 50°C kilka do kilkunastu minut	Do stali węglowych i niskostopowych. Trawi (zaciemnia) cementyt i azotki żelaza
Vilella	10 cm ³ kwasu azotowego 20 cm ³ kwasu solnego 30 cm ³ gliceryny	ok. 50°C kilka do kilkunastu msekund	Do wysokostopowych stali chromowych szybkołających i manganowych austenitycznych. Trawi granice ziarn
Roztwór kwasu solnego, azotowego, i fluorowodoru	70 cm ³ kwasu solnego 10 cm ³ kwasu azotowego 6 cm ³ fluorowodoru 100 cm ³ wody	ok. 50°C do kilku minut	Do stali 18-8. Zabarwia powierzchnie ziarn austenitu

c. d. tablicy 4.1.

1	2	3	4	
Murakami	10 g 10 g 100 cm ³	żelazicyjan- ku potasu wodorotlen- ku sodu wody	20 ^o C do kilku min. 60 ^o C ok. 40 min	Do stali stopowych narzędziowych. Trawi węgliki stopowe Do stali 18-8. Trawi wysokotemperatu- rowy ferryt (δ)
Roztwór wodorotlen- ku sodu i żelazicy- janku pota- sasu	30 g 30 g 60 cm ³	wodorotlen- ku sodu żelazicy- janku pota- sasu wody	temperatura wrzenia do kilku minut	Do stali wysokostopowych Cr i Cr-Ni. Identyfikacja ferrytu (zabarwiany na żółto) oraz fazy 6 (zabarwiana na nie- biesko)
Pikral	0,5-1 cm ³ 100 cm ³	kwasu pikry- nowego alkoholu etylowego	20 ^o C do kilku minut	Do żelaza i stali niskowęglowej
Nital/ /pikral	a) 1 cm ³ 99 cm ³ b) 0,5 cm ³ 100 cm ³	kwasu azo- towego alkoholu etylowego kwasu pi- krynowego alkoholu etylowego	20 ^o C ok. 1 min w nitalu, na- stępnie ok. 5 min w pikralu	Ujawnianie rozkładu i gęstości dyslo- kacji przez ujawnianie jamek trawienia

4.6. Ilościowa ocena mikrostruktury metali za pomocą skal wzorców

Ocenę ilościową analizowanej mikrostruktury przeprowadza się najczęściej metoda-
mi porównawczymi, wzrokowo za pomocą porównywania jej z odpowiednimi wzorcami
skali. Skale wzorców składają się z serii fotografii ułożonych w porządku stopniowego
wzrostu określonego składnika mikrostruktury, który jest przedmiotem badania. Zasad-
niczą cechą metody jest określenie stopnia udziału składnika badanego w mikrostruktu-
rze, np.

- 1/ określenie stopnia zanieczyszczenia stali wtrąceniami niemetalicznymi PN-64/H-
-05410
- 2/ mikrostruktura stalowych wyrobów hutniczych (wzorce) PN-66/H-04505
- 3/ cementyt trzeciorzędowy, pasmowość, struktura Widmannstättena PN-63/H-
-04504

lub wiąże się z określoną zależnością porządkowy numer wzorca z wielkością geometrycz-
nego parametru badanego składnika:

- 1/ klasyfikacja grafitu i węgla żarzenia w żeliwie według PN-60/H-04661
- 2/ oznaczanie wielkości ziarna metali PN-66/H-04507.

Metoda porównawcza posiada szereg wad. Wzrokowe porównywanie z fotografiami jest mało dokładne i w dużym stopniu subiektywne. Stwierdza się w niej brak powtarzalności i odtwarzalności wyników. W grę wchodzi tu precyzja ocen, skokowy charakter skali wzorców, ilość i dyspersja badanego składnika, rodzaj zgładu przygotowanego do badań, szczególnie ważny w materiale po przeróbce plastycznej, prostopadły czy równoległy do osi odkształcenia.

Pytania kontrolne

1. Cel badań mikroskopowych.
2. Opisać budowę mikroskopu metalograficznego.
3. Co to jest powiększenie mikroskopu i powiększenie użyteczne?
4. Apertura obiektywu, a zdolność rozdzielcza mikroskopu.
5. Jaka jest funkcja obiektywu, a jaka okularu?
6. Na jakiej zasadzie opiera się obserwacja przedmiotu w jasnym polu widzenia, a na jakiej w ciemnym polu widzenia?
7. Metoda światła spolaryzowanego i kontrastu fazowego oraz ich przydatność.
8. Opisać przebieg przygotowania próbek do badań mikroskopowych, jaki jest cel poszczególnych zabiegów: inkludowania, szlifowania, polerowania oraz trawienia?
9. Podać krótką charakterystykę ilościowej oceny mikrostruktury za pomocą skal wzorców.

Literatura

1. F. Staub i inni – Metaloznawstwo. Wyd. Śląsk, Katowice 1979
2. Z. Wendorff – Metaloznawstwo. PWN, Warszawa 1972
3. St. Prowans – Materiałoznawstwo. PWN, Warszawa 1977
4. K. Przybyłowicz – Metaloznawstwo. Część I. AGH, Kraków 1980
5. Praca zbiorowa – Atlas metalograficzny struktur. Stal. WNT, Warszawa 1964